



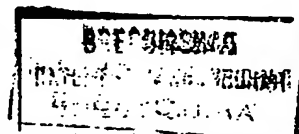
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1535565** **A 1**

(51) 5 В 01 D 7/00

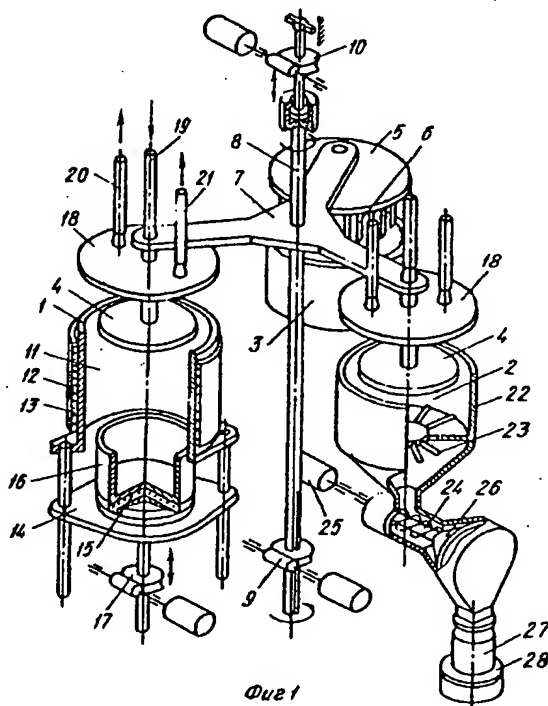
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 4397697/23-26
(22) 28.03.88
(46) 15.01.90. Бюл. № 2
(72) Ю.И. Александров, В.П. Варганов,
Г.А. Новиков, А.А. Пономарев, Е.И. Сте-
панов и В.Ф. Юшкевич
(53) 66.045(088.8)
(56) Александров Ю.И. и др. Разработ-
ка методов тонкой очистки органичес-
ких и элементоорганических соединений.
Тр. метр.ин-в СССР.Л.: Энергия.
Вып. 216(276) 1978, с. 10-16.

2
(54) УСТАНОВКА ДЛЯ ВАКУУМНОЙ СУБЛИМА-
ЦИИ
(57) Изобретение относится к технике
получения высокочистых веществ, может
быть использовано для автоматизиро-
ванной очистки веществ методом ваку-
умной сублимации и позволяет повысить
качество сублимата и обеспечить авто-
матизацию процесса. Установка содер-
жит узел 1 сублимации с герметичной
испарительной камерой 11, конденсато-
ром 4 и его приводом 9, узел 2 раз-



09 **SU** (11) **1535565** **A 1**

грузки сублимата и блок управления. В установке бункер 22 и резервуар расположены совместно с испарительной камерой 11 под углом 120° симметрично относительно вертикальной оси привода 9. Бункер 22 предназначен для сублимата, а резервуар является элементом мойки. На оси совместно с основным конденсатором 4 установлены дополнительный конденсатор для пофракционно-го отбора сублимата и крышка 5 с но-

жами 6 для измельчения сублимата. Привод 9 обеспечивает возможность подъема и поворота конденсаторов 4 так, что они могут поочередно размещаться в любом из узлов сублимации, разгрузки и мойки. Для удобства загрузки испарительная камера 11 выполнена в виде цилиндра с подвижным дном. Бункер 22 снабжен измельчителем 26 сублимата и приемником 27 для его сбора. 1 э.п. ф-лы, 2 ил.

Изобретение относится к технике получения высокочистых веществ и может быть использовано для автоматизированной очистки веществ методом вакуумной сублимации.

Целью изобретения является повышение качества сублимата и обеспечение автоматизации процесса.

На фиг. 1 и 2 изображена схема технологической стойки предлагаемой установки.

Установка (фиг. 1) содержит узел 1 вакуумной сублимации, узел 2 разгрузки и фасовки и мойку 3, которые расположены в горизонтальной плоскости под углом 120° друг к другу и симметрично относительно центральной вертикальной оси установки. Два конденсатора 4 (основной и дополнительный) и крышка 5 с ножами 6, являющаяся частью узла 2 разгрузки, также смонтированы симметрично под углом 120° и установлены на турели 7, которая неподвижно закреплена на штанге 8. Штанга 8 имеет привод 9 для осуществления поворота на 120° в обе стороны и привод 10, обеспечивающий возвратно-поступательное движение по вертикали. Узел 1 сублимации включает испарительную камеру 11. Корпус 12 испарительной камеры 11 выполнен в виде цилиндра из нержавеющей стали, открытого с обоих концов, на внешней поверхности которого размещен нагреватель 13 и термopара. Дно 14 испарительной камеры 11 представляет собой диск с нагревательным элементом 15 и термopарой, на которой устанавливается стакан 16 с очищаемым веществом. Дно 14 имеет привод 17, обеспечивающий вертикальное перемещение дна 14 со стаканом 16 и герметизацию испарительной камеры 11. Сверху ис-

парительная камера 11 имеет крышку 18, на которой неподвижно укреплен конденсатор 4. В крышке 18 имеются штуцеры 19 и 20 для подвода воды в конденсатор 4 и штуцер 21 для подсоединения испарительной камеры 11 к вакуумной системе. Узел 2 разгрузки представляет собой цилиндрический бункер 22 с решеткой 23, к которому снизу пристыкован измельчитель сублимата, включающий шнек 24 с приводом 25 и мельницей 26 и приемник 27 готового продукта, размещенный на подъемном столике 28. Мойка (фиг. 2) состоит из резервуара 29, в нижней части которого находится кольцевая перфорированная труба 30, подключенная к источнику сжатого воздуха, трех емкостей 31 для чистых растворителей с датчиками 32 уровней, двух емкостей 33 для сбора отработанных растворителей и системы трубопроводов 34 с электромагнитными клапанами 35. Для обеспечения изоляции от окружающей среды с целью улучшения условий труда и техники безопасности технологическая стойка монтируется в герметичном шкафу, который соединяется с системой вытяжной вентиляции.

Установка работает следующим образом.

Стакан 16 с очищаемым веществом устанавливают на дно 14 испарительной камеры 11 и с помощью привода 17 поднимают его до упора с корпусом 12 испарительной камеры 11. Включают двигатель привода 10 и штангу 8 с турелью 7 поднимают, затем включают двигатель привода 9 и турель поворачивают так, чтобы один конденсатор 4 был над узлом 1 сублимации, другой конденсатор 4 - над узлом 2 разгрузки сублимата, а крышка 5 - над мойкой 3.

Затем с помощью привода 10 турель 7 опускают так, чтобы крышка 18 плотно закрыла испарительную камеру 11, тогда вторая крышка 18 закрывает узел 2 разгрузки, а крышка 5 - мойку 3. Включают водяное охлаждение конденсаторов 4 и вакуум-насос, а также блок управления. Далее все операции технологического цикла идут автоматически по разработанному алгоритму. По достижении заданной глубины вакуума в испарительной камере 11 включаются нагреватели 13 и 15, а по достижении заданной температуры - таймер и в течение заданного времени осуществляется сублимация верхней фракции вещества, обогащенной легколетучими примесями. По истечении заданного времени нагреватели отключаются, а после охлаждения до заданной температуры вакуумная линия перекрывается и испарительная камера 11 сообщается с атмосферой. Турель 7 поднимается, поворачивается по часовой стрелке на угол 120° и опускается. При этом первый конденсатор с верхней фракцией вещества оказывается в мойке 3, второй конденсатор из узла 2 разгрузки переводится на место первого, а крышка 5 оказывается в узле 2 разгрузки. Крышка 18 герметично закрывает испарительную камеру 11 узла 1 сублимации. Включается вакуумная система и по достижении заданной глубины вакуума в испарительной камере 11 включаются нагреватели 13 и 15. При достижении заданной температуры в зоне испарения включается таймер и проводится сублимация основной фракции вещества на второй конденсатор 4. По истечении заданного времени нагреватели отключаются. При снижении температуры в испарительной камере 11 до заданного значения вакуумная система отключается и испарительная камера 11 сообщается с атмосферой. Турель 7 поднимается, поворачивается против часовой стрелки на угол 120° и снова опускается так, чтобы нижний край конденсатора 4 находился на высоте верхнего края бункера 22. При повороте турели 7 очищенное вещество срезается с конденсатора 4 и попадает на решетку 23. Затем турель 7 снова поднимается и поворачивается по часовой стрелке на угол 120° . Крышка 5 с ножами 6 устанавливается над узлом 2 разгрузки. При опускании турели 7 ножи 6 разламывают пласт сублимата о

ребра решетки и очищенное вещество попадает на шнек 24. Включается привод 25, и вещество размалывается в мельнице 26 и поступает в приемник 27 готового продукта. Технологический цикл очистки заканчивается. Одновременно с отделением основного продукта, его измельчением и фасовкой проводится загрузка в испарительную камеру 11 очередной партии вещества. Для этого дно 14 испарительной камеры опускают с помощью привода 17, снимают стакан с остатками вещества, заменяют другим стаканом с очищаемым веществом и дно устанавливают в прежнее положение. Такая конструкция узла 1 сублимации исключает необходимость мойки испарительной камеры 11 перед каждым циклом очистки, так как корпус 12, являясь горячей зоной, остается всегда чистым, а стакан на дне испарительной камеры, где собираются нелетучие примеси, каждый раз извлекается и заменяется чистым. Так как масса верхней фракции, обогащенной легколетучими примесями, составляет 15 - 20% от загрузки, то технологический цикл можно проводить несколько раз, не очищая конденсатор 4, пока на нем не образуется толстый слой сублимата (до 20 мм). Мойка конденсатора может проводиться по команде оператора также автоматически. В резервуар 29 подается растворитель из одной из трех емкостей 31 и сжатый воздух через трубу 30 для перемешивания и ускорения промывки. Затем первый растворитель через трубопровод с клапаном сливается в одну из емкостей 33, а в резервуар 29 заливается следующая порция растворителя. На конечной стадии осуществляется мойка дистиллированной водой и сушка. Для ускорения сушки в перфорированную трубу 30 подается подогретый воздух. Время каждой стадии промывки задается таймером. Затем с помощью приводов в узел мойки устанавливается второй конденсатор 4 и весь процесс мойки повторяется.

Автоматическое управление всеми приводами установки осуществляется с помощью блока управления в соответствии с заданным алгоритмом. Все приводы снабжены датчиками, необходимыми для сбора информации о состоянии приводов. Приводы и датчики расположены непосредственно в установке вакуумной сублимации. Остальные части

схемы автоматического управления собраны в отдельном блоке управления. Блок управления содержит вторичные преобразователи сигналов датчиков, программируемый таймер, управляющее логическое устройство, триггеры и усилители мощности. Программируемый таймер и управляющее логическое устройство являются общими для всех приводов. Остальные элементы схемы управления специфичны для каждого привода и поэтому их количество равно количеству приводов. Конкретный выбор элементов схемы управления определяется типом привода и датчика.

Сигналы от каждого из датчиков, зависящие от состояния приводов, поступают на соответствующие вторичные преобразователи. Вторичные преобразователи усиливают эти сигналы и преобразуют их в логические уровни, принятые для ТТЛ - микросхем. Далее сигналы поступают на входы управляющего логического устройства, которое представляет собой комбинационную схему, реализующую заданный алгоритм аппаратным способом. Управляющее логическое устройство вырабатывает сигналы в виде логических уровней, а также в виде переходов от одного логического уровня к другому. Этими сигналами включаются и выключаются триггеры, запоминающие команды. Таймер включается логическим устройством, а выключается автоматически по истечении заданного интервала времени. Таймер имеет шестнадцать регистров памяти и может в них хранить значения интервалов времени от 0 до 999 мин. После отсчета текущего интервала времени таймер останавливается, выбирает следующий регистр памяти, выдает сигналы логическому устройству и ожидает от него следующей команды запуска. Сигналы от триггеров поступают на тиристорные усилители мощности, от которых питаются приводы.

В качестве датчиков температуры нагревателей использованы термопары хромель-копель. Вторичная преобразователем сигналов термопар служит трехточечный потенциометр КСП-4 с трехпозиционным регулирующим устройством и с отдельной задачей на каждую точку. Этот прибор позволяет измерять, записывать на диаграммную ленту и регистрировать температуру в трех точках. Для контроля остаточного давления в узле сублимации используется

вакуумметр 13ВТЗ-003, укомплектованный датчиком ПМТ-6-3. Вакуумметр имеет выходы сигнализации для двух заданных значений остаточного давления, совместимые с ТТЛ-микросхемами. Датчиками положения приводов подъема и спуска служат нижние и верхние конечные микропереключатели типа МП, а привода поворота турели вправо и влево - три пары фотодиод - лампа накалывания, между которыми расположен цилиндрический экран с узкой щелью, поворачивающийся вместе с турелью.

Датчики уровня растворителей и воды в мойке представляют собой емкости, образованные электродами и трубопроводами. Вторичный преобразователь сигнала датчиков уровня использован от сигнализатора уровня СУС-16И на два контролируемых уровня. Таким образом, два преобразователя принимают информацию от четырех датчиков уровня - одного датчика верхнего уровня и трех отдельных датчиков нижнего уровня (на каждый растворитель предназначен отдельный датчик).

Управляющее логическое устройство, триггеры и программируемый таймер разработаны на базе микросхем 155-й серии. Усилители мощности представляют собой тиристорные реле с оптронной развязкой входа и выхода. Эти части схемы автоматического управления разработаны с применением известных схемотехнических решений. Возможно также вместо этого аппаратного варианта использование программируемого контроллера К1-20 (МС 2702).

Таким образом, изобретение позволяет объединить в одной замкнутой системе процессы вакуумной сублимации, измельчения и фасовки продукта с автоматической мойкой, что дает возможность полностью автоматизировать процесс очистки и тем самым повысить качество продукции при улучшении условий труда и техники безопасности.

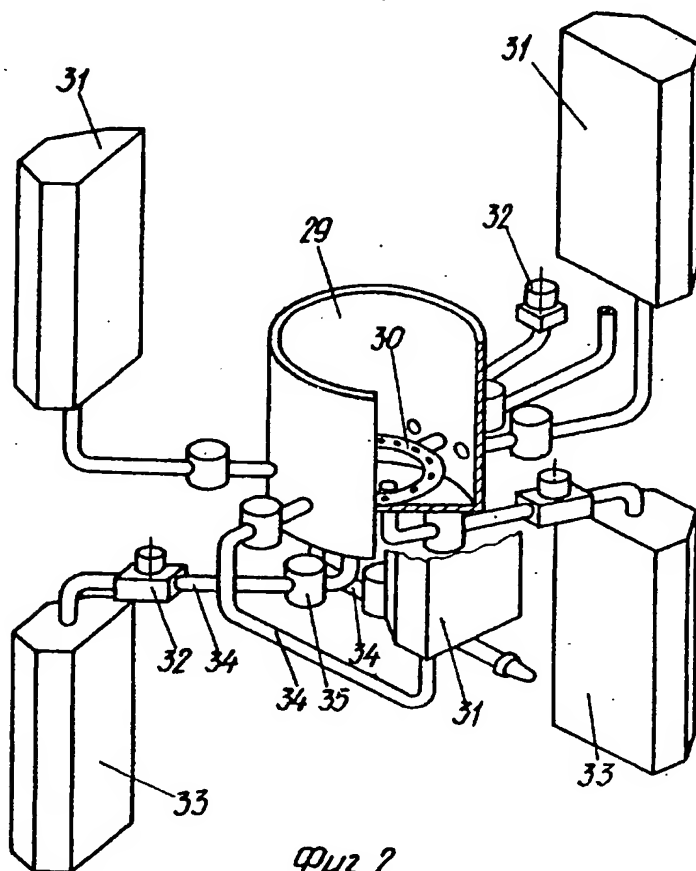
Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Установка для вакуумной сублимации, содержащая узел сублимации с герметичной испарительной камерой и конденсатором с крышкой, привод поворота и возвратно-поступательного перемещения конденсатора, узел разгрузки сублимата и блок управления, о т л и ч

чающаяся тем, что, с целью повышения качества сублимата и обеспечения автоматизации процесса, установка снабжена бункером сублимата и мойкой, расположенными совместно с испарительной камерой под углом 120° симметрично относительно оси привода, дополнительной крышкой и дополнительным конденсатором с крышкой, соединенным с приводом и размещенным с воз-

можностью контактирования с камерой, бункером и мойкой, при этом испарительная камера выполнена цилиндрической и снабжена дном, установленным с возможностью перемещения.

2. Установка по п. 1, отличающаяся тем, что бункер снабжен измельчителем сублимата, закрепленным на его дне, и приемником для сбора сублимата.



Фиг. 2

Редактор А. Лежнина	Составитель А. Никитин	Корректор Э. Лончакова
Заказ 68	Тираж 536	Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5		
Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101		